



## Cara uji kadar krom (VI) dalam kulit dengan spektrofotometer





Daftar isi

Daftar isi ..... i

Prakata ..... ii

Pendahuluan ..... iii

1 Ruang lingkup ..... 1

2 Acuan normatif ..... 1

3 Istilah dan definisi ..... 1

4 Prinsip ..... 1

5 Pengambilan contoh ..... 2

6 Cara uji ..... 2

7 Laporan hasil uji ..... 4

Bibliografi ..... 5





## Prakata

Standar Nasional Indonesia (SNI) *Cara uji krom (VI) dalam kulit dengan spektrofotometer* disusun sebagai salah satu kegiatan dalam rangka pengembangan standardisasi, khususnya, produk industri aneka serta memperhatikan kebutuhan sektor industri, perdagangan, dan masyarakat pada umumnya.

Standar ini dibahas pada rapat konsensus nasional pada tanggal 9 Desember 2004 di Jakarta yang dihadiri oleh wakil dari produsen, konsumen, lembaga penelitian dan instansi terkait lainnya.

Perumusan standar dilakukan oleh Panitia Teknis 120 S, Kulit, Produk Kulit dan Alas Kaki.





## Pendahuluan

Cara uji krom (VI) dalam kulit sangat dibutuhkan untuk mendukung kriteria ecolabel kulit dan produk kulit yang salah satu parameternya adalah kandungan krom (VI). Meskipun krom (VI) tidak berfungsi untuk menyamak kulit, namun dimungkinkan adanya krom (VI), baik yang berasal dari bahan penyamak (krom III) dari bahan pendukung yang lain.

Krom (VI) sudah banyak dikenal sebagai unsur kimia berbahaya dengan toksisitas yang tinggi dan berpotensi penyebab penyakit kanker (karsinogenik). Untuk mengantisipasi bahaya yang ditimbulkan oleh krom (VI) beberapa referensi mengusulkan bahwa batas kandungan krom (VI) yang dapat terlepas dari kulit maksimum 3 mg/kg. Bagaimanapun masih dibutuhkan adanya penelitian dan pengembangan tentang mekanisme dan transformasi krom (III) menjadi krom (VI) dalam kulit jadi, demikian juga dampaknya terhadap kesehatan manusia sebagai konsumen kulit dalam kisaran kadar yang demikian rendah.









## Cara uji kadar krom (VI) dalam kulit dengan spektrofotometer

### 1 Ruang lingkup

Standar ini menetapkan cara uji kadar krom (VI) dalam kulit dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 540 nm dengan kisaran (1 – 50) mg/kg kulit kering.

### 2 Acuan normatif

SNI 06-0642-1989, *Cara pengambilan contoh kulit*.

SNI 06-0643-1989, *Cara menyiapkan contoh uji kulit untuk pengujian fisis dan kimiawi*.

### 3 Istilah dan definisi

#### 3.1

##### **kulit kering**

kulit samak krom contoh uji yang sudah dikeringkan dengan oven pada suhu 100°C - 105°C sampai diperoleh berat tetap

#### 3.2

##### **kadar krom (VI) dalam kulit**

banyaknya unsur logam krom (VI) dalam kulit yang disamak krom, dinyatakan dalam mg/kg kulit kering

#### 3.3

##### **kurva kalibrasi**

grafik yang menyatakan hubungan kadar larutan standar dengan hasil pembacaan serapan yang merupakan garis lurus

#### 3.4

##### **larutan induk**

larutan kalium dikromat ( $K_2Cr_2O_7$ ) yang setiap mililiternya mengandung 1 mg krom

#### 3.5

##### **larutan standar**

larutan kalium dikromat ( $K_2Cr_2O_7$ ) yang diperoleh dari pengenceran 1 ml larutan induk menjadi 1 l. Setiap ml larutan standar mengandung 1 µg krom

#### 3.6

##### **larutan blanko**

air suling yang diperlakukan sama contoh uji

### 4 Prinsip

Krom (VI) dalam kulit diekstraksi dalam larutan penyangga fosfat pada pH 7,5 - 8,0, kemudian direaksikan dengan difenil karbasida, adanya krom (VI) ditunjukkan dengan timbulnya warna merah ungu. Penentuan kadar krom VI dilakukan dengan mengukur intensitas warna merah ungu secara fotometrik pada panjang gelombang 540 nm.



## 5 Pengambilan contoh

Sesuai SNI 06-0642-1989, *Cara pengambilan contoh kulit*.

## 6 Cara uji

### 6.1 Bahan

- kulit dari proses samak krom;
- dikalium hidrogen fosfat ( $K_2HPO_4 \cdot 3 H_2O$ ) p.a.;
- 1,5-difenil karbasida (*diphenyl carbazide*) ( $C_{13}H_{14}N_4O$ ) p.a.;
- asam fosfat ( $H_3PO_4$ ) p.a.;
- kalium dikromat ( $K_2Cr_2O_7$ ) p.a.;
- gas argon atau gas nitrogen bebas oksigen p.a.;
- air bebas logam.

### 6.2 Peralatan

- pengaduk mekanik (*shaker*);
- erlenmeyer 250 ml;
- tabung aerasi volume 250 ml;
- pH meter dengan kisaran 0 -14 dengan ketelitian 0,01;
- membran penyaring dengan ukuran pori-pori 0,45  $\mu m$ ;
- labu ukur 50 ml, 1000 ml;
- pipet mikro 100  $\mu l$  -1000  $\mu l$ ;
- botol gelas dengan tutup berulir;
- oven;
- spektrofotometer dengan kuvet dari bahan *quartz* ( $SiO_2$ );
- neraca analitik dengan ketelitian 0,1 mg.

### 6.3 Penyiapan contoh uji

Sesuai SNI 06-0643-1989, *Cara menyiapkan contoh uji kulit untuk pengujian fisis dan kimiawi*.

### 6.4 Penyiapan larutan kimia

#### 6.4.1 Asam fosfat ( $H_3PO_4$ )

Encerkan 700 ml asam fosfat 85 % (BJ : 1,71 g/ml) dengan air bebas logam hingga 1000 ml.

#### 6.4.2 Dikalium hidrogen fosfat ( $K_2HPO_4 \cdot 3H_2O$ )

- a) timbang 22,8 gram dikalium hidrogen ftalat;
- b) masukkan ke dalam labu ukur 1000 ml, tambahkan air bebas logam hingga tanda batas;
- c) atur pH larutan hingga  $8 \pm 0,1$  dengan menambahkan larutan asam fosfat (6.4.1).

#### 6.4.3 Difenil karbasida dalam aseton (1 %)

- a) timbang 1,0 gram 1,5-difenil karbasida;
- b) masukkan dalam labu ukur 100 ml, tambahkan dengan aseton hingga tanda batas.



#### 6.4.4 Larutan induk kalium dikromat ( $K_2Cr_2O_7$ )

- panaskan kalium dikromat dalam oven pada suhu  $(102 \pm 2)^\circ C$  selama  $(16 \pm 2)$  jam;
- timbang 2,829 gram kalium dikromat ;
- larutkan dengan air bebas logam dalam labu ukur 1000 ml, encerkan sampai tanda batas.

**CATATAN** 1 ml larutan kalium dikromat yang mengandung 1 mg krom.

#### 6.4.5 Larutan standar kalium dikromat

- ambil 1 ml larutan induk kalium dikromat (6.4.4);
- tambahkan air bebas logam dalam labu ukur 1000 ml sampai  $\frac{3}{4}$  volumenya, encerkan lagi sampai tanda batas.

**CATATAN** 1 ml larutan standar mengandung 1  $\mu g$  krom.

### 6.5 Prosedur

#### 6.5.1 Pembuatan kurva standar

- ambil larutan standar (6.4.5) masing-masing 0,5 ml; 1,0 ml; 2,0 ml; 3,0 ml; 5,0 ml; 8,0 ml; 10,0 ml; 15,0 ml; 20,0 ml, masukkan ke dalam labu ukur 50 ml;
- tambahkan 1 ml larutan difenil karbasida (6.4.3), lalu 1 ml asam fosfat (6.4.1) ke dalam masing-masing larutan. Encerkan dengan air bebas logam hingga tanda batas;
- tera larutan menggunakan spektrofotometer pada panjang gelombang 540 nm. Catat nilai absorbansinya;
- buat grafik standar dengan sumbu x: konsentrasi krom (VI), dan sumbu y: nilai absorbansi, dengan minimum regresi 0,9.

#### 6.5.2 Pengujian contoh

- timbang contoh uji seberat  $(2 \pm 0,02)$  gram dengan ketelitian 0,001 gram;
- pipet 100 ml larutan dikalium hidrogen fosfat  $K_2HPO_4$ , masukkan ke dalam erlenmeyer 250 ml, kemudian masukkan contoh uji;
- hilangkan oksigen dalam erlenmeyer dengan cara memasukkan gas argon atau nitrogen bebas oksigen selama 5 menit  $(50 \pm 10)$  ml/menit);
- angkat tabung aerasi, dan tutup erlenmeyer dengan tutup (gelas, polietilen atau teflon).
- ekstraksikan contoh uji dengan pengaduk mekanik (*shaker*) selama  $3 \text{ jam} \pm 5$  menit, periksa pH larutan antara 7,5 - 8. Jika belum tercapai pHnya, ulangi prosedur dari 6.5.2 a) sampai dengan d). Apabila larutan ekstrak kulit menjadi berwarna kuat atau gelap dari cat kulit maka hilangkan dulu warnanya menggunakan karbon aktif atau bahan penyerap warna yang lain;
- saring menggunakan membran penyaring dengan ukuran pori-pori 0,45  $\mu m$ , masukkan filtratnya ke dalam botol kaca dengan tutup berulir;
- pipet 10 ml larutan (6.5.2.f) masukkan ke dalam labu ukur 50 ml, tambahkan air bebas logam hingga  $\frac{3}{4}$  volume labu ukur;
- tambahkan 1 ml larutan difenil karbasida (6.4.3), 1 ml asam fosfat (6.4.1), campur sampai homogen, encerkan dengan air bebas logam hingga tanda batas, dan diamkan selama  $(15 \pm 5)$  menit;
- tera larutan menggunakan spektrofotometer pada panjang gelombang 540 nm, catat nilai absorbansinya ( $E_1$ );
- lakukan koreksi dengan larutan blanko;
- lakukan kembali pekerjaan pada butir 6.5.2.g sampai dengan butir 6.5.2.j, tetapi tanpa penambahan larutan difenil karbasida. Catat nilai absorbansinya ( $E_2$ ).



### 6.5.3 Pengujian larutan blanko

- ambil labu ukur 50 ml, isi dengan air suling hingga  $\frac{3}{4}$  volumenya;
- masukkan 1 ml larutan difenil karbasida (6.4.3) dan 1 ml larutan asam fosfat;
- campur larutan hingga homogen;
- encerkan dengan air bebas logam hingga tanda batas, kemudian diamkan ( $15 \pm 5$ ) menit;
- tera larutan tersebut menggunakan spektrofotometer.

### 6.6 Perhitungan

$$D = \frac{\text{berat kulit (contoh uji)}}{\text{berat kulit kering}}$$

$$C_{CrVI} = \frac{(E_1 - E_2) \times 10^5 \times D}{A \times M \times F}$$

dengan:

- $C_{CrVI}$  adalah krom (VI) yang terlarut dalam kulit, (mg/kg) berat kulit kering;  
 $E_1$  adalah nilai absorbansi larutan sampel;  
 $E_2$  adalah nilai absorbansi larutan contoh uji tanpa larutan difenil karbasida;  
 $D$  adalah faktor konversi terhadap berat kulit kering;  
 $A$  adalah larutan contoh uji yang diambil, (ml);  
 $M$  adalah berat kulit, (g);  
 $F$  adalah gradien kurva kalibrasi.

## 7 Laporan hasil uji

Laporan hasil uji mencakup:

- jenis kulit yang digunakan;
- referensi standar;
- hasil perhitungan kadar krom (VI);
- catatan penyimpangan dari prosedur;
- kadar air dalam kulit (%);
- lebar kuvet.



## Bibliografi

DIN 53314-1996, *Bestimmung des chrom (VI) - Gehaltes in Ledern.*

International Chromium Development Association France, 1997, *The Chromium File.*

ISO 2418-2002, *Leather - Chemical, physical and mechanical and fastness test - Sampling location.*

ISO 2419-2002, *Leather - Physical and mechanical test - Sample preparation and conditioning.*























**BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN**  
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4  
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270  
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : [bsn@bsn.or.id](mailto:bsn@bsn.or.id)